نشریهٔ مهندسی متالورژی و مواد(۱۵۶-۱۴۵)
DOI: 10.22067/jmme.2021.73056.1031
سال سی و سه، شمارهٔ یک، ۱۴۰۰

# بررسی اثر نوع سوخت بر سنتز اکسید روی نانوساختار به‌روش احتراق محلولی*

مقاله پژوهشی

هادی نصیری [1]　　مرتضی گل‌محمدی [2]　　میلاد قربان‌زاده[3]

**چکیده** *سنتز احتراق محلولی بر واکنش‌های اکسایش- احیای مواد اولیه استوار است. در این تحقیق از دو سوخت اوره و گلایسین به‌منظور سنتز اکسید روی نانو ساختار استفاده شده‌است. نیترات فلز روی به‌عنوان یکی از مواد اولیه نقش اکسیدکننده و دو سوخت ذکر شده نقش احیاکننده را بر عهده دارند. از آن‌جایی‌که این روش در سرعت‌های بالای حرارت‌دهی رخ می‌دهد، به‌منظور بررسی اثر نوع سوخت مصرفی بر چگونگی تشکیل نانوساختارهای اکسید روی، آزمون توزین حرارتی به‌همراه گرماسنجی روبشی تفاضلی (TGA-DSC) برای اوره و گلایسین و هم‌چنین نیترات روی در نرخ‌های ۱۰، ۲۰ و ۳۰ درجه بر دقیقه انجام شد. نتایج این آزمون‌ها نشان داد که دمای تجزیهٔ نیترات روی و سوخت گلایسین تقریباً در یک محدوه هستند. سپس نانوذرات اکسید روی تولید شده با استفاده از این دو سوخت به‌کمک آزمون‌های پراش اشعهٔ ایکس (XRD) مورد بررسی قرار گرفت. نتایج این آزمون، سنتز موفق اکسید روی نانوساختار را با هر دو سوخت نشان داد. هرچند نتایج نشان داد که نانوذرات تولیدشده با سوخت گلایسین دارای اندازهٔ ریزتری نسبت‌به نانوذرات تولیدی در حضور اوره هستند. عملکرد بهتر گلایسین در تولید نانوذرات با ابعاد کم‌تر را می‌توان به نزدیکی دمای تجزیهٔ نیترات روی و سوخت گلایسین و نقش این هم‌زمانی در جلوگیری از رشد بلورهای اکسید روی نسبت داد. درنهایت نانوذرات تولیدی بااستفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و پراش انرژی اشعهٔ ایکس (EDX) مورد بررسی قرار گرفت.*

**واژه‌های کلیدی** سنتز احتراقی در محلول، نیترات روی، سوخت، آزمون توزین حرارتی، میکروسکوپ الکترونی روبشی.

## مقدمه

ذرات اکسید روی (ZnO) یکی از ذرات معدنی پرکاربرد هستند که به‌دلیل خواص فیزیکی و شیمیایی مناسب مورد توجه صنعتگران قرار گرفته‌اند. ازجمله خواص ویژهٔ نانوذرات ZnO می‌توان به پایداری شیمیایی بالا، ثابت دی الکتریک پایین، فعالیت کاتالیزوری و فتوکاتالیزوری بالا، جذب نور فرو سرخ و فرابنفش و از همه مهم‌تر خاصیت ضد باکتری اشاره کرد [1-3]. در سال‌های اخیر اکسید روی عمدتاً به‌دلیل خواص نوری، الکترونیکی و پیزوالکتریکی منحصربه‌فرد، هم‌چنین کاربرد بالقوه در سلول‌های خورشیدی، دیودهای نشر نور آبی، حسگرها و کاهنده‌ها توجه زیادی را به خود جلب کرده است [3-5]. اکسید روی، زیست‌سازگار و ایمن است و می‌تواند در پزشکی به‌راحتی به‌کار رود. نانوذرات اکسید روی از نظر جذب اشعهٔ فرابنفش نیز دارای کاربردهای ویژه‌ای هستند که از جملهٔ آن می‌توان به کاربرد آن‌ها در پماد سوختگی و کرم‌های ضد آفتاب به‌عنوان جذب‌کنندهٔ قوی پرتو فرابنفش و فتوکاتالیزور برای حذف آلودگی‌های محیط زیست اشاره کرد. در پزشکی و بهداشت این ترکیب با نام زینک اکساید در پودر بچه، پمادهای پوستی، کرم ضد آفتاب و سایر موارد استفاده می‌شود. پماد زینک اکساید در درمان ضایعات پوستی مستعد عفونت مانند سوختگی، اگزما، سوختگی پای نوزادان و خراشیدگی کاربرد دارد [6,7].

باتوجه به اهمیت‌های ذکر شده برای اکسید روی در

---

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۰/۷/۲۱و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۰/۸/۲۳ می‌باشد.

(۱) نویسندهٔ مسئول، استادیار، گروه مهندسی مواد، دانشکدهٔ مهندسی مکانیک و مواد، دانشگاه صنعتی بیرجند.
**Email:** nasiri@birjandut.ac.ir
(۲) استادیار، گروه مهندسی شیمی، دانشکدهٔ مهندسی معدن، عمران و شیمی، دانشگاه صنعتی بیرجند.
(۳) دکتری، مهندسی مواد، پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج.

ابعاد نانو، محققان تاکنون از روش‌های مختلفی از جمله هیدروترمال، میکروامولسیون، سل- ژل و آسیاب‌کاری این ماده را تولید کرده‌اند. اگرچه هرکدام از این روش‌ها مزایای منحصربه‌فرد خود را دارند اما تمامی آن‌ها دارای نقاط ضعفی هستند که شاید برای کابرد در مقیاس وسیع مناسب نباشند. روش سل- ژل اگرچه منجر به ذرات هم‌گن با اندازۀه نانو می‌شود، اما مادۀ اولیه در این روش گران و مدت زمان لازم برای انجام این روش زیاد است و معمولاً ذرات نیاز به یک مرحله کلسینه شدن برای رسیدن به حالت بلورین دارند. روش هیدروترمال یکی از روش‌های مقرون به صرفه و از نوع پایین به بالا است که برای این منظور نیاز به تجهیزاتی از جمله راکتور حرارتی و شرایط کنترلی دقیق هست. در میکروامولسیون برای داشتن مخلوط‌های شفاف و پایدار نیاز به فعال‌ساز سطحی هست زیرا که کنترل نسبت ترکیبات بسیار مهم است. روش آسیاب‌کاری یک روش نیمه-صنعتی محسوب می‌شود که بر مبنای شکستن و خردایش مواد درشت به ابعاد ریز استوار است. این روش به‌علت تماس گلوله‌های فلزی با مواد اولیه و محصولات برای ایجاد ضربه به‌صورت مکانیکی معمولاً ناخالصی و آلودگی در محصول نهایی ایجاد می‌کند [8-11].

باتوجه به موارد ذکر شده، در سال‌های اخیر محققان تمرکز خود را برروی روشی جدید که دارای عیوب معمول نباشد قرار دادند. روش سنتز احتراقی دمای بالا یک روش نسبتاً قدیمی است که سال‌ها در تولید مواد مختلف از آن استفاده شده‌است. اساس این روش بر مخلوط و فشرده نمودن پودر مواد اولیه استوار است. نحوۀ انتخاب مواد اولیه به‌گونه‌ای است که با افزایش دمای واکنش به‌صورت خودبه-خودی انجام شود. در نتیجه، به حضور یک منبع انرژی خارجی برای انجام واکنش نیاز نیست. این روش دارای مزایای زیادی است، اما چون مواد اولیه به‌صورت پودر جامد در کنار یکدیگر قرار می‌گیرند، امکان غیرهم‌گن بودن محصول نهایی وجود دارد، هم‌چنین دمای آغاز واکنش معمولاً به بالاتر از ۵۰۰ درجۀ سانتی‌گراد می‌رسد. به همین منظور شاخه‌ای جدید در این روش با نام سنتز احتراقی درمحلول به‌وجود آمد [12-14].

سنتز احتراقی در محلول (SCS) روش نسبتاً جدیدی است که در محیط آبی صورت می‌گیرد. قرارگیری مواد اولیه در یک محلول سبب توزیع بسیار هم‌گن مواد در کنار یکدیگر می‌شود و هم‌گن بودن ساختار نهایی به‌خوبی تضمین می-شود. هم‌چنین توزیع در مقیاس مولکولی سبب می‌شود تا دمای شروع واکنش احتراقی که اصطلاحاً دمای اشتعال نام-گذاری می‌شود به‌شدت کاهش یابد و در موارد نادر به بالاتر از ۳۰۰ درجۀ سانتی‌گراد برسد. این مسئله نیاز به تجهیزات حرارت‌دهی هم‌چون کوره را حذف می‌کند و تنها بااستفاده از یک هات‌پلیت می‌توان واکنش را انجام داد. مواد اولیه در این روش به دو دستۀ نیترات فلزات که نقش اکسیدکنندگی را دارند و انواع مواد آلی هم‌چون اوره، گلایسین، هیدرازین که نقش سوخت و احیاکنندگی را بر عهده دارند، تقسیم می-شوند. باتوجه به قیمت ارزان مواد اولیه و هم‌چنین گرماگیر بودن حل شدن نیترات‌ها در آب از این روش می‌توان به‌راحتی و با کم‌ترین امکانات در سنتز نانوساختارهای اکسیدی استفاده کرد. پس از حرارت‌دهی تا نقطۀ اشتعال مواد اولیه واکنش‌های حرارتی را انجام می‌دهند و در مدت زمان کم (چند ثانیه) دما به‌شدت افزایش می‌یابد. این مسئله سبب سنتز محصول نهایی در زمان کم، بدون ناخالصی و به‌صورت بلوره می‌شود [15-17].

تابه‌حال نانوذرات اکسید روی به‌روش سنتز احتراقی در محلول توسط محققان دیگر تولید شده‌است. در این تحقیقات از تک‌سوخت‌ها و مخلوط آن‌ها استفاده شده‌است، اما تاکنون به بررسی جدی علت تفاوت رفتار سوخت‌ها در نوع سنتز این ماده اشاره نشده است. [18,19]. در این تحقیق نانوذرات اکسیدروی در حضور دو سوخت متفاوت، اوره و گلایسین، سنتز شد. بااستفاده از آزمون‌های مختلف کیفیت نانوذرات تولیدی در حضور هر کدام از سوخت‌ها مورد بررسی قرار گرفت و سوخت بهینه باتوجه به بررسی رفتار تجزیۀ نیترات فلز و سوخت برای فرآیند سنتز معرفی شد.

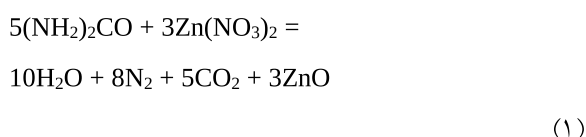
## مواد و روش تحقیق

### مواد

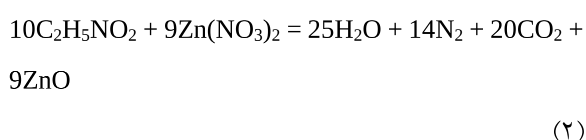
در این تحقیق از نیترات روی شش‌آبه ($Zn(NO_3)_2•6H_2O$) با خلوص ۹۹٪ ساخت شرکت مرک آلمان به‌عنوان پیش‌مادۀ تولید اکسید روی و از دو سوخت اوره ($CH_4N_2O$) تهیه‌شده از شرکت پانراک با خلوص بالای ۹۸ درصد و گلایسین ($C_2H_5NO_2$) تهیه‌شده از شرکت مرک با خلوص بالای ۹۹ به‌عنوان سوخت استفاده شد. در تمامی آزمایش‌ها آب دوبار تقطیر استفاده شد.

### روش سنتز

در دو معادلۀ زیر واکنش احتراقی در حضـــور دو ســـوخت اوره ( واکنش ۱) و گلایسین ( واکنش ۲ ) آورده شده‌است. نسبت سوخت به اکسیدکننده برای هر دو واکنش یک برابر ( نسبت استوکیومتری) تعیین شده‌است.



$$5(NH_2)_2CO + 3Zn(NO_3)_2 = 10H_2O + 8N_2 + 5CO_2 + 3ZnO \quad (۱)$$



$$10C_2H_5NO_2 + 9Zn(NO_3)_2 = 25H_2O + 14N_2 + 20CO_2 + 9ZnO \quad (۲)$$

پس از انجام محاسبات وزن اورۀ مصرفی ۳/۰۳ گرم برای ۲/۵ گرم نیترات روی بود. لازم به ذکر است، مقدار آب مصرفی باید در حداقل مقدار خود و تنها برای داشتن محیط آبی و هم‌گن از مواد اولیه باشد (۲ سی‌سی) [20]. اوره و نیترات روی پس از وزن شدن، مخلوط شدند و سپس آب به آن‌ها اضافه شد. برای انحلال کامل مواد در آب، مخلوط با شدت زیاد هم زده شد تا محلولی کاملاً هم‌گن به‌دست آید. پس از آن محلول حاصل داخل بوتۀ چینی ۵۰ سی‌سی ریخته شد. برای حرارت‌دهی اولیه از یک هات‌پلیت استفاده شد. در ابتدا هات‌پلیت برروی دمای اولیۀ ۳۰۰ درجۀ سانتی‌گراد تنظیم شد و بعد از رسیدن به دمای مورد نظر بوتۀ حاوی محلول برروی آن قرار داده شد. در این مرحله سنتز اکسید روی نانوساختار در حضور سوخت اوره انجام نشد. در مرحلۀ بعد محلول واکنشی در داخل کوره با دمای ۵۰۰ درجۀ سانتی‌گراد قرار داده شد. به‌دلیل باز شدن درب و میزان اتلاف حرارت دمای آن به ٤۰۰ درجه براساس ترموکوپل کوره کاهش یافت پس از مدت زمان کم‌تر از ۵ دقیقه، آب موجود در محلول تبخیر شد و هم‌زمان با خارج شدن کف از درون بوته، فرایند احتراق همراه با شعله انجام شد. پس از خارج کردن بوته از کوره و زمان دادن به آن تا سرد شدن، مادۀ به‌دست‌آمده حالت پفکی و متخلخل داشت که با ضربه‌ای آرام به پودرهای بسیار ریز تبدیل شد (شکل شمارۀ ۱).

برای انجام واکنش براساس معادلۀ واکنشی (۲) و بااستفاده از سوخت گلایسین، میزان مواد مصرفی به‌صورت مقابل بود: وزن نیترات روی همانند واکنش اول در حضور اوره برابر ۲/۵ گرم در نظر گرفته شد. میزان گلایسین برای داشتن نسبت سوخت به اکسیدکننده یک برحسب معادلۀ (۲) برابر ۰/۸٤ گرم محاسبه شد. میزان آب مصرفی مجدداً همان ۲ سی‌سی و در حد داشتن محلول یک‌نواخت در نظر گرفته شد. سایر مراحل همانند انجام واکنش در حضور اوره ادامه یافت؛ با این تفاوت که در این محلول واکنشی، احتراق بر روی هات‌پلیت با دمای اولیۀ ۳۰۰ درجۀ سانتی‌گراد به‌خوبی و با شعلۀ شدید (شکل ۲) انجام شد و دیگر نیاز به استفاده از کوره نبود. این نمونه برخلاف نمونۀ سنتزشده با اوره نیاز به هیچ‌گونه خردایش حداقلی هم نداشت و ذرات به‌صورت کاملاً ریز تولید شده بودند.



شکل ۱ مادۀ متخلخل تولیدشده با سوخت اوره (اکسید روی نانوساختار)



شکل ۲ واکنش در حضور سوخت گلایسین با دمای هات پلیت ۳۰۰ درجهٔ سانتی‌گراد

## مشخصه‌یابی

محصولات سنتزشده در حضور اوره و گلایسین، پس از خنک شدن برای آزمون پراش اشعهٔ ایکس ارسال شدند. از دستگاه Philips X'pert با اشعهٔ Cu ($K_\alpha$) با طول موج ۰/۱۵۴۰۶ نانومتر در بازهٔ °۸۰–۴ با طول گام° ۰/۰۲ برای این منظور استفاده شد. هم‌چنین از تمام مواد اولیهٔ آزمون DSC-TGA توسط دستگاه مدل SETYS Evolution-175 - SETARAM گرفته شد. براساس نتایج آزمون تفرق اشعهٔ ایکس نمونه‌ای که دارای شرایط ریزدانگی به‌تری بود، برای تصویربرداری توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی و آنالیز EDX توسط میکروسکوپ مدل LEO VP 1450 ارسال شد.

## نتایج و بحث

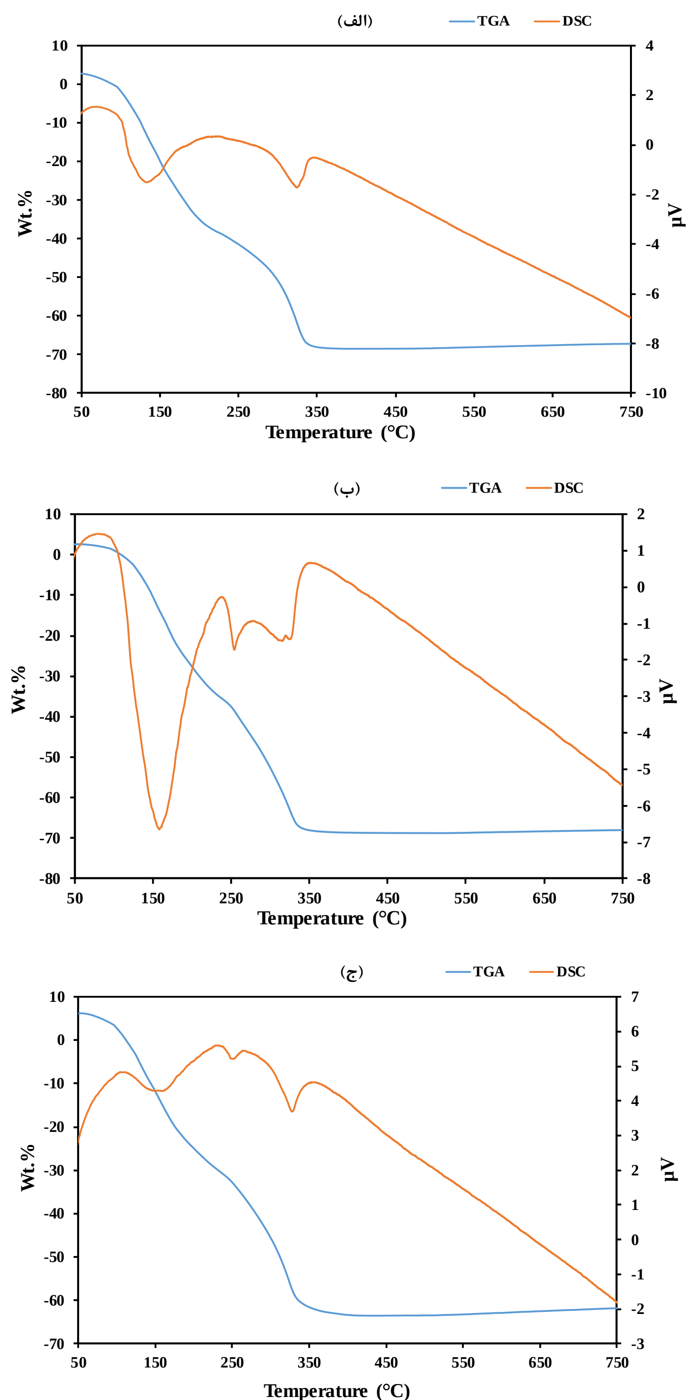
در ابتدا با توجه به آن‌که روش سنتز احتراقی در محلول برپایهٔ حرارت‌دهی سریع مواد اولیه تا نقطهٔ اشتعال آن‌ها استوار است و پس از رسیدن به نقطهٔ اشتعال انرژی مورد نیاز برای انجام واکنش توسط واکنش‌های حرارت‌زا توسط خود مواد اولیه تأمین می‌شود [18]، برای بررسی اثر سرعت گرم شدن برروی دمای شروع تجزیهٔ نیترات روی از این ماده در سه سرعت حرارت‌دهی ۱۰، ۲۰ و ۳۰ درجهٔ سانتی‌گراد بر دقیقه آزمون DSC-TGA گرفته شد، که نتایج آن در شکل (۳ – الف– ج) نشان داده شده‌است.

همان‌طور که در شکل (۳) دیده می‌شود، با افزایش نرخ حرارت‌دهی به نیترات روی شش آبه دمای شروع تجزیه و کاهش وزن آن از حدود ۱۳۲ به ۱۵۸ و ۱۶۰ درجهٔ سانتی‌گراد افزایش می یابد. پیک اول گرماگیر در نمودار DSC در این تجزیه مربوط به از د ست دادن آب ساختاری نیترات روی است. در این حالت برحسب میزان افزایش دما و کاهش وزن، به‌ترتیب تعداد بیشتری از شش مول مولکول آب ساختاری در نیترات روی به‌صورت بخار آب از آن جدا می‌شوند؛ درصورتی‌که برای شروع انجام واکنش احتراقی نیاز به تجزیهٔ خود نیترات روی و آزادسازی گازهایی هم‌چون اکسید نیتروژن است [21]. د نتیجه برای درنظرگیری دمای تجزیهٔ مؤثر در واکنش احتراقی پیک دوم تجزیه مورد برر سی قرار می‌گیرد. شروع این پیک برای هر سه نرخ حرارت‌دهی در حدود ۲۵۰ درجهٔ سانتی‌گراد است.

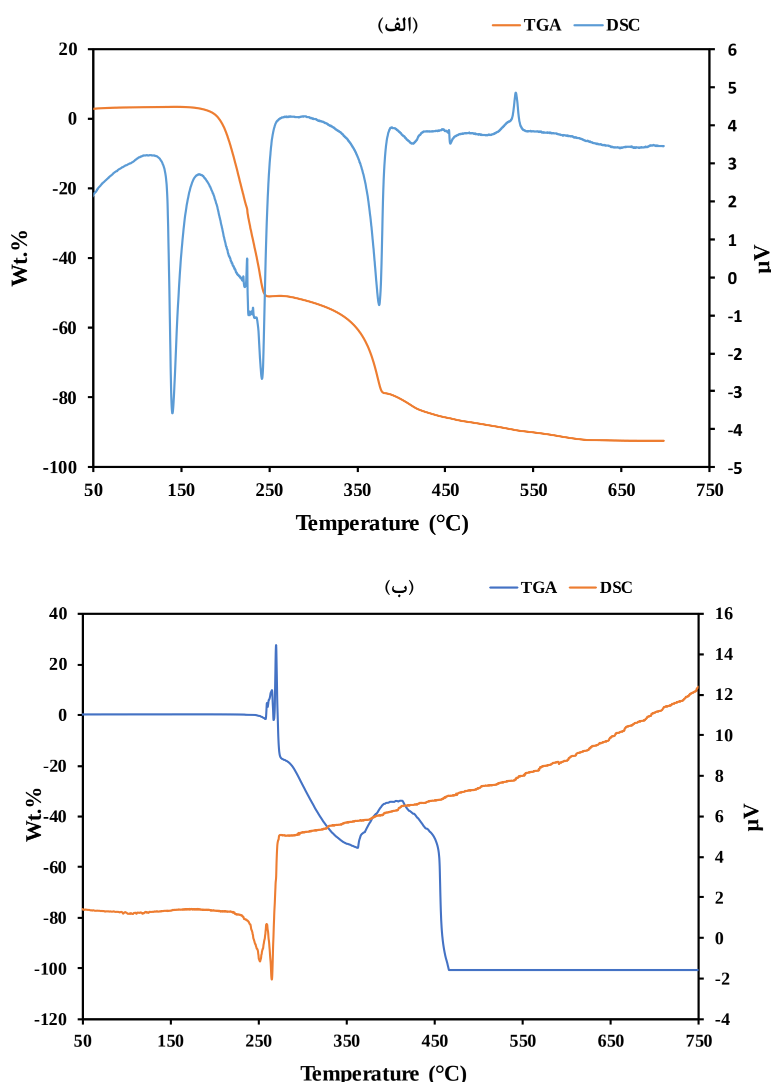
به‌منظور بررسی رفتار حرارتی دو سوخت مورد استفاده، نمودار DSC-TGA اوره و گلایسین نیز به‌ترتیب در شکل (۴– الف) و (۴– ب) با نرخ حرارت‌دهی ۱۰ درجهٔ سانتی-گراد بر دقیقه آورده شده‌است. برای تجزیهٔ اوره سه پیک در دماهای ۱۳۸، ۲۴۰ و ۳۷۴ درجهٔ سانتی‌گراد مشاهده می‌شود در صورتی‌که برای گلاسین (شکل ۴– ب) دو پیک تجزیه در دماهای ۲۵۱ و ۲۶۵ درجهٔ سانتی‌گراد مشاهده شد.

واکنش سنتز احتراقی در محلول، انرژی حاصل از واکنش خود را از مجموع واکنش‌های اکسایش و احیایی به‌دست می‌آورد که در مدت زمان بسیار کم (۲–۴ ثانیه) توسط اکسیدکننده (نیترات فلز) و سوخت آزاد می‌کند. به همین منظور داشتن اکسیدکننده و سوختی که دمای تجزیهٔ آن‌ها نزدیک به هم باشد در این روش ضروری است [22]. باتوجه به نمودار تجزیهٔ اوره مشاهده می‌شود این سوخت یک تجزیه را در دمای ۱۳۸ آغاز می‌کند که طی آن بیش از ۴۰ درصد وزنی خود را تا قبل از پیک دوم گرماگیر از دست می‌دهد. پیک گرماگیر مشخص‌شده در نمودار DSC در این محدودهٔ دمایی، مربوط به تجزیهٔ اوره به مادهٔ بیورت (Biuret) با ترکیب $C_2H_5N_3O_2$ است، که این مرحله همراه با آزادسازی گاز آمونیاک است. باتوجه به آن‌که نیترات روی در این حالت هنوز تجزیهٔ خود را آغاز نکرده‌است (دمای ۲۵۰ درجهٔ سانتی‌گراد)، در نتیجه این میزان از اوره قبل از واکنش آزاد شده‌است که به‌صورت گاز از محیط واکنش خارج می‌شود.

این مسئله به‌معنای کاهش قدرت محصول باقی‌مانده از اوره برای انجام واکنش احتراقی است. این مسئله در قسمت مواد و روش تحقیق عنوان شد که واکنش نیترات روی و اوره برروی هات‌پلیت با دمای ۳۰۰ درجه انجام نشد.




شکل ۳ نتایج آنالیز DSC-TGA برای نیترات روی در اتمسفر هوا در نرخ‌های حرارت‌دهی:
الف) ۱۰، ب)۲۰ و ج) ۳۰ درجه بر دقیقه




شکل ٤ نتایج آنالیز DSC-TGA برای: الف) اوره و ب) گلایسین در اتمسفر هوا در نرخ حرارت‌دهی ۱۰ درجه بر دقیقه

دلیل این مسئله همین تجزیهٔ زود هنگام اوره است؛ اما هنگامی‌که محلول واکنشی بین این سوخت و نیترات روی در داخل کوره با دمای تنظیم‌شدهٔ ۵۰۰ درجه (دمای واقعی ٤۰۰) قرار داده شد، سنتز انجام شد و محصول پفکی شکل شد (شکل ۱)؛ چرا که در این حالت هم نرخ حرارت‌دهی نسبت‌به هات‌پلیت بالاتر بوده‌است و هم دمای کوره که توانسته اوره را به صورت کامل تجزیه کند (پیک سوم اوره در دمای ۳۷٤ درجهٔ سانتی‌گراد و بالاتر از دمای هات‌پلیت واقع شده‌است [23]. در خصوص سوخت گلایسین شکل (٤– ب) نشان می‌دهد که محدودهٔ تجزیهٔ اولیهٔ این سوخت در محدودهٔ تجزیهٔ نیترات روی (پیک دوم) قرار دارد. همین مسئله سبب می‌شود تا تجزیهٔ سوخت و نیترات تقریباً به‌صورت هم‌زمان و در دمای کم‌تر از ۳۰۰ درجه (دمای هات‌پلیت) رخ دهد و این مسئله منجر به انجام واکنش برروی هات‌پلیت با شدت بالا (شکل ۲) شد.

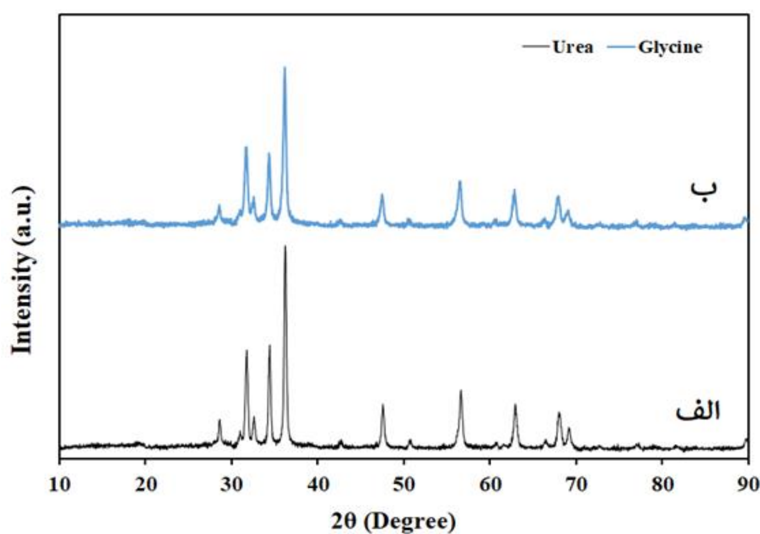
برای هر دو نمونهٔ سنتز شده، محصول سنتز برای آزمون XRD ارسال شد که نتایج آن در شکل (۵– الف) برای اوره و (۵– ب) برای گلایسین نشان داده شده‌است. در هر دو نمونهٔ سنتز شده، آزمون XRD سنتز موفق اکسید روی را نشان می‌دهد. برای بررسی بیشتر الگوی‌های پراش در جدول

(۱) جزئیات مربوط به این آزمون آورده شده‌است. بر اساس داده‌های جدول (۱) و همچنین استفاده از معادلهٔ شرر ( معادلهٔ ۳) اندازهٔ بلورهای سنتزشده توسط این دو سوخت محاسبه و در جدول (۲) آورده شده‌است.

$$D=0.9\lambda/\beta\cos\theta \quad (۳)$$

در این معادله D اندازهٔ کریستالیت‌ها به نانومتر، λ طول موج ($Cu\ K_{\alpha1}$, 0.15406 nm)، β پهنای پیک ۱۰۰ در نصف ارتفاع و θ زاویهٔ براگ برحسب رادیان است [24].

نتایج جدول (۲) نشان می‌دهد که اکسید روی نانوساختار سنتزشده با سوخت گلایسین دارای اندازهٔ کریستالیت کوچک‌تری نسبت‌به اکسید روی نانوساختار سنتز شده در حضور سوخت اوره است. علت این مسئله را می‌توان به عوامل زیر نسبت داد: ۱) باتوجه به کم‌تر بودن دمای آغاز واکنش در سیستم نیترات روی- گلایسین و همچنین انجام واکنش با شعلهٔ شدید و در مدت زمان کم، زمان در دسترس برای رشد بلورهای ابتدایی و درشت شدن نانوذرات سنتزشده کم‌تر از سیستم نیترات و اوره است. ۲) باتوجه به نزدیک بودن دمای تجزیهٔ گلایسین و نیترات روی، بیشتر تجزیه در هنگام آغاز واکنش و در حین سنتز رخ می‌دهد و این مسئله حجم بیشتری از گازها را در مدت زمان واکنش آزاد می‌کند (معادلهٔ ۲). خروج گازها سبب اتلاف حرارت با سرعت بیشتر می‌شوند و در نتیجه رشد کریستال‌ها را محدود می‌کند.




شکل ۵ اکسید روی سنتزشده در اتمسفر هوا به‌وسیلهٔ دو سوخت: الف) اوره و ب) گلایسین

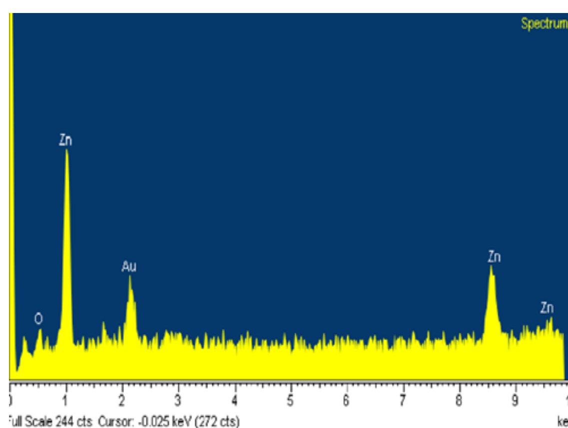
جدول ۱ جزئیات پیک اصلی اکسید روی سنترشده توسط دو سوخت اوره و گلایسین

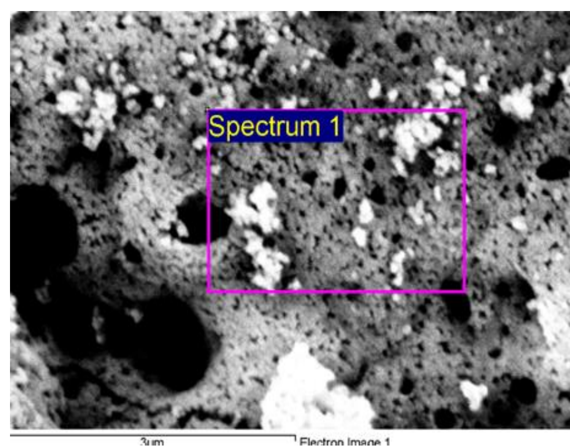
| Fuel | Pos [2θ] | Height [cts] | FWHM Left [2θ] | d-spacing [A] | Rel. Int. [%] |
|---|---|---|---|---|---|
| Urea | ۳۶/۲۴۴۱ | ۷۶۸۵۳ | ۰/۳۴۲ | ۲/۴۷۸۵۶ | ۱۰۰/۰۰ |
| Glycine | ۳۶/۱۶۱۲۹ | ۶۱۰۰۴ | ۰/۴۳۲ | ۲/۴۸۳۹۴ | ۱۰۰/۰۰ |

جدول ۲ اندازهٔ کریستالیت‌ها براساس پیک اصلی اکسید روی سنتزشده با دو سوخت اوره و گلایسین

| Fuel | No. | B obs | B std. | Peak pos. | B struct. | Crystallite size(nm) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Urea | ۱ | ۰/۲۸۳ | ۰ | ۳۶/۲۴۴ | ۰/۲۸۳ | ۲۵/۵ |
| Glycine | ۱ | ۰/۳۵۴ | ۰ | ۳۶/۱۶۳ | ۰/۳۵۴ | ۲۰/۲ |

درنهایت، اثر دوم خروج گازها در حین انجام واکنش ایجاد تخلخل در ساختار مادهٔ سنتز شده و جلوگیری از رشد ذرات است. این مسئله باتوجه به کم‌تر بودن شدت پیک‌های اکسید روی سنتز شده در آزمون XRD (شکل ۵) نیز قابل پیش‌بینی بود. چرا که با کاهش اندازهٔ کریستالیت‌ها از ارتفاع پیک ماده کاسته می‌شود و پهنای پیک افزایش می‌یابد، که این مسئله در جدول (۱) قابل مشاهده است. باتوجه به شرایط مطلوب‌تر اکسید روی سنتزشده توسط سوخت گلایسین، محصول این سنتز برای تصویربرداری توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی مجهز به آنالیز EDX ارسال شد (شکل ٦).




شکل ٦ تصویر SEM و انالیز EDX از اکسید روی نانوساختار سنتزشده توسط سوخت گلایسین

همان‌طور که در شکل (٦) مشاهده می‌شود، نمونهٔ سنتزشده دارای تخلخل‌های بسیار زیادی است که این مسئله به خروج حجم بسیار بالایی از گازها در حین انجام واکنش باز می‌گردد. هم‌چنین تخلخل بالا باعث خردایش بسیار راحت محصول سنتزشده می‌شود. آنالیز EDX در این شکل براساس منطقه‌ای که Spectrum 1 نشان می‌دهد از نمونه گرفته شد. نتیجه نشان می‌دهد مادهٔ سنتز شده اکسید روی است و پیک مربوط به طلا به پوشش اعمال‌شده برروی نمونه برای ایجاد امکان تصویربرداری باز می‌گردد.

## نتیجه‌گیری

در این پژوهش از نیترات روی به‌عنوان اکسیدکننده و از دو سوخت اوره و گلایسین به‌عنوان سوخت استفاده شد. نتایج حاصل از سنتز به‌روش احتراقی محلولی را می‌توان به‌صورت زیر بیان کرد:

۱. به‌علت اختلاف دمایی تجزیهٔ اوره و نیترات روی، واکنش سنتز در دمای ۳۰۰ درجهٔ سانتی‌گراد انجام نشد و برای افزایش نرخ حرارت‌دهی و بالابردن حرارت آزادشده به‌منظور انجام واکنش دمای این سیستم واکنشی به ٤۰۰ درجه افزایش یافت.

۲. سیستم واکنشی نیترات روی- گلایسین در دمای اولیه ۳۰۰ درجهٔ سانتی‌گراد توانست به‌خوبی اکسیدروی نانوساختار را سنتز کند.

۳. اندازهٔ کریستالیت‌های سنتزشده توسط سوخت گلایسین براساس معادلهٔ شرر ۲۰/۲ نانومتر بودند.

٤. تصویر SEM از نمونهٔ سنتزشده با گلایسین تخلخل بسیار زیادی را نشان می‌دهد که این مسئله را می‌توان به خروج گاز در حین انجام واکنش نسبت داد.

٥. باتوجه به نتایج آزمون XRD و هم‌چنین آنالیز EDX که از یک محدوده گرفته شده‌است، عدم وجود پیک ناخالصی در این دو آنالیز را می‌توان به‌معنای بالا بودن خلوص مادهٔ سنتزشده در نظر گرفت.

## مراجع


1. Susanna, A., D'Arienzo, M., Di Credico, B., "Catalytic Effect of ZnO Anchored Silica Nanoparticles on Rubber Vulcanization and Cross-Link Formation", *European Polymer Journal,* Vol. 93, pp. 63-74, (2017)
2. Ohtsu, N., Kakuchi, Y., Ohtsuki, T, "Antibacterial eEffect of Zinc Oxide/Hydroxyapatite Coatings Prepared by Chemical Solution Deposition", *Applied Surface Science,* Vol. 445, pp. 596-600, (2018).
3. Boon Ong, C., Yong Ng, L., Mohammad, A., "A Review of ZnO Nanoparticles as Solar Photocatalysts: Synthesis, Mechanisms and Applications", *Renewable and Sustainable Energy Reviews,* Vol. 81, No. 1, pp. 536-551, (2018).
4. SaboorSyed, A., Shah, M., Hussain, H., "Band Gap Tuning and Applications of ZnO Nanorods in Hybrid Solar Cell: Ag-Doped Verses Nd-Doped ZnO Nanorods", *Materials Science in Semiconductor Processing,* Vol. 93, pp. 215-225, (2019).
5. Mingming, S., Tanglei, Z., Jun, S., "Homogeneous ZnO Nanowire Arrays p-n Junction for Blue Light-Emitting Diode Applications", *Optics Express,* Vol. 27, No. 16, pp. 1207-1215, (2019).
6. Gollavilli, H., Aswathi, R., Renuka, R.S., Managuli, S., "Naringin Nano-Ethosomal Novel Sunscreen Creams: Development and Performance Evaluation", *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces,* Vol. 193, pp. 111-122 (2020).
7. Bhutta, Z., Ashar, A., Mahfooz, A., "Enhanced Wound Healing Activity of Nano ZnO and Nano Curcuma Longa in Third-Degree Burn", *Applied Nanoscience,* Vol. 11, pp. 1267-1278, (2021).
8. Manikandan, B., Endo, T., Kaneko, S., "Properties of Sol Gel Synthesized ZnO Nanoparticles", *Journal of Materials Science: Materials in Electronics,* Vol. 29, No. 9, pp. 9474–9485, (2018).
9. Golmohammadi, M., Towfighi, J., Hosseinpour, M., Ahmadi, S.J., "An Investigation into the Formation and Conversion of Metal Complexes to Metal Oxide Nanoparticles in Supercritical Water", *The journal of supercritical fluids,* Vol. 107, pp. 699-706, (2016).
10. Pineda-Reyes, A., Olvera, M., "Synthesis of ZnO Nanoparticles from Water-in-Oil (w/o) Microemulsions", *Materials Chemistry and Physics,* Vol. 203, pp. 141-147, (2018).
11. Singh, J., ChandSingh, R., "Structural, Optical, Dielectric and Transport Properties of Ball Mill Synthesized ZnO–$V_2O_5$ Nano-Composite", *Journal of Molecular Structure,* Vol. 1215, pp. 128-261, (2018).
12. Wang, Q., Zhang, C., Zhang, H., "Influence of CaF2 on the Preparation of ZnO Via SHS Method", *Inorganic and Nano-Metal Chemistry,* Vol. 50, No. 8, pp. 587-591, (2020).
13. Subrahmanyam, J., Vijayakumar, M., "Self-Propagating High-Temperature Synthesis", *Journal of Materials Science*, Vol. 27, pp. 6249–6273, (1992).
14. Wang, C., Yu, F., Zhu, M., "Highly Selective Catalytic Reduction of $NO_x$ by $MnO_x$–$CeO_2$–$Al_2O_3$ Catalysts Prepared by Self-Propagating High-Temperature Synthesis", *Journal of Environmental Sciences*, Vol. 75, pp. 124-135, (2019).

15. Nasiri, H., Vahdati Khaki, J., Haddad Sabzevar, M., "Fast Prepared Ni-$Al_2O_3$ Nanocomposite through Solution Combustion Synthesis", *Synthesis and Reactivity in Inorganic, Metal-Organic, and Nano-Metal Chemistry*, Vol. 45, No.8, pp. 1241-1244, (2015).
16. Aali, H., Azizi, N., Javadi Baygi, N., "High Antibacterial and Photocatalytic Activity of Solution Combustion Synthesized $Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe_2O_4$ Nanoparticles: Effect of Fuel to Oxidizer Ratio and Complex Fuels", *Ceramics International*, Vol. 45, No. 15, pp. 19127-19140, (2019).
17. Mohammadi, E., Nasiri, H., Vahdati Khaki, J., "Copper-Alumina Nanocomposite Coating on Copper Substrate through Solution Combustion", *Ceramics International*, Vol. 44, No. 3, pp. 3226-3230, (2018).
18. Kalantari Bolaghi, Z., Hasheminiasari, M., Masoudpanah, S. M., "Solution Combustion Synthesis of ZnO Powders Using Mixture of Fuels in Closed System", Vol. 44, No. 11, pp. 12684-12690, (2018).
19. Haoyang,W., Mingli, Q., Aimin, C., Zhiqin, C., Pengqi, C., Ye, L., Xuanhui, Q., "Effect of Urea on the Synthesis of Al-Doped ZnO Nanoparticle and its Adsorptive Properties for Organic Pollutants", *Ceramics International, Materials Research Bulletin,* Vol. 75, pp. 78-82, (2016).
20. Nasiri, H., Bahrami Motlagh, E., Vahdati Khak, J., "Role of Fuel/Oxidizer Ratio on the Synthesis Conditions of Cu–$Al_2O_3$ Nanocomposite Prepared through Solution Combustion Synthesis", *Materials Research Bulletin*, Vol. 47, No. 11, pp. 3676-3680, (2012).
21. Deshpande, K., Mukasyan, A., Varma, A., "Direct Synthesis of Iron Oxide Nanopowders by the Combustion Approach: Reaction Mechanism and Properties", *Chemistry of Materials,* Vol. 16, No. 24, pp. 4896–4904, (2004).
22. Tahmasebi, K., Paydar, M. H., "The Effect of Starch Addition on Solution Combustion Synthesis of $Al_2O_3$–$ZrO_2$ Nanocomposite Powder Using Urea as Fuel", *Materials Chemistry and Physics,* Vol. 109, No. 1, pp. 156-163, (2008).
23. Schaber, P., Colson. J., Higgins. S., "Thermal Decomposition (Pyrolysis) of Urea in an Open Reaction Vessel", *Thermochimica Acta,* Vol. 424, No. 1-2, pp. 131-142, (2004).
24. Honarmand, M., Golmohammadi, M., Hafezi-bakhtiari, J., "Synthesis and Characterization of $SnO_2$ NPs for Photodegradation of Eriochrome Black-T Using Response Surface Methodology", *Environmental Science and Pollution Research*, Vol. 28, pp. 7123–7133, (2021).